

DEVANT LE TRIBUNAL ARBITRAL DU SPORT

Dans l'arbitrage entre

FLOYD LANDIS

CONTRE

UNITED STATES ANTI-DOPING AGENCY

CAS 2007/A/1394

Déclaration de Claire FRELAT.

Mon nom est Claire FRELAT. Mon adresse est AFLD Département des analyses, 143 avenue Roger Salengro, 92290 Châtenay-Malabry, France. Je fais cette déclaration sur la base de mes connaissances personnelles.

Formation

J'ai un DUT (Diplôme Universitaire Technologique) de Chimie Générale obtenu en Juillet 1998 et une Licence de Chimie Générale obtenue en Septembre 2000.

Expérience en IRMS et emploi au LNDD

Je travaille au LNDD depuis Janvier 2001, en temps qu'analyste chimiste avec le code opérateur 26. Ma formation en IRMS a commencé en Janvier 2006. J'ai été formée par Cynthia Mongongu sous la supervision du Dr. Corinne Buisson pendant environ 30 jours à temps complet. Ma formation comprenait la préparation d'échantillons selon le mode opératoire M-EX-24 et l'analyse IRMS de blancs urinaires. Une fois ma formation validée,

j'ai été autorisée à effectuer des analyses IRMS d'échantillons indépendamment (voir Tr. 681:2-684:20).

En Juillet 2006, mes responsabilités étaient analyste chimiste pour les analyses IRMS et chargée des substances de référence pour le département recherche et développement chimie, section Analyses Spécialisées. A cette date, j'avais effectué environ une cinquantaine d'analyse IRMS sur d'échantillons de sportifs.

Standard Interne 5alpha-AC

En IRMS, pour l'analyse du Mix Cal acétate et des échantillons, le temps de rétention du standard interne, 5alpha-AC, est calé à environ 870 secondes, de manière à ce qu'il sorte une centaine de secondes après l'ouverture de vanne HeartSplit (HS) après stabilisation de la ligne de base. La vanne HS est la vanne qui permet de d'orienter le flux vers la masse. La valeur isotopique du standard interne ne fait pas l'objet d'un contrôle qualité. Le LNDD n'a établi aucun critère d'acceptabilité pour la valeur delta du standard interne en matrice urinaire.

Identification des pics en IRMS

Une pré-identification visuelle est réalisée grâce aux profils chromatographiques similaires obtenus en IRMS et en GC/MS.

Dans l'échantillon, l'identification des pics en IRMS se fait par rapport aux temps de rétention et temps de rétention relatifs des analytes en comparaison aux analytes connus et étudiés dans le blanc urinaire qui suit la même préparation et analyse que l'échantillon.

Si l'on compare l'échantillon 995474B et le blanc urinaire analysé simultanément avec cet échantillon, les temps de rétention du standard interne, du 5-alpha et du pdiol sont presque identiques entre le 995474B et le blanc urinaire.

Interprétation du TD2003IDCR-FR

Le document technique TD2003IDCR-FR de l'AMA exige que le temps de rétention de l'analyte considéré ne diffère pas de plus de 0,1% ou de $\pm 0,2$ min (au plus petit des deux) de celui de la même substance dans un échantillon provenant d'une référence, analysés sur un même type d'appareil et au même moment.

Je ne compare pas les temps de rétention du GC/MS avec les temps de rétention de l'IRMS, parce que ce sont deux types d'instruments différents (four à combustion et capillaires supplémentaires).

Accréditation ISO et AMA

L'audit COFRAC s'est déroulé les 9 et 10 Février 2006. L'auditeur technique présent, pour le COFRAC et l'AMA, est resté dans le secteur IRMS une journée entière. Il m'a suivie et observée lors d'une préparation d'échantillons, lors de l'identification des analytes sur GC/MS et IRMS, et lors de l'intégration manuelle, si nécessaire, des débuts ou fins de pics, sur la machine Isoprime 1. Il a passé en revue les modes opératoires en vigueur et m'a posé des questions pour vérifier que j'avais été formée correctement et que je comprenais totalement comment faire une analyse IRMS.

Confirmation IRMS de l'échantillon 995474 A

Je n'ai joué aucun rôle dans l'analyse de l'échantillon 995474 A. Je ne me trouvais pas au laboratoire les jours de l'analyse.

Confirmation IRMS de l'échantillon 995474 B

J'ai été impliquée dans l'analyse de l'échantillon 995474 B en tant qu'analyste (voir Tr. 418:11-418:21, Tr. 445:20-447:25, Tr. 676:2-676:4, Tr. 714:25-715:2 et Tr. 716:16-721:15). Ma responsable était Cynthia Mongongu. Elle n'était pas impliquée dans la manipulation de l'échantillon. J'ai effectué la confirmation de l'échantillon 995474 B du 03 Août au 05 Août 2006.

En ce qui concerne la chaîne de possession du flacon B, j'ai été témoin de toutes les étapes qui ont eu lieu le 3 Août 2006 :

- à 9h12, Ester Cerpolini (code opérateur 18) a déstocké le flacon B de CH.FR.5 (voir Ex.25 page USADA0251). Le flacon B est resté sous sa responsabilité pendant que les personnes présentes l'ont examiné et pendant que Ruddy Barlagne l'a ouvert.

- à 11h03, j'ai pris en charge le flacon B pour faire la mise en tube pour l'analyse d'IRMS (voir Ex. 25 page USADA0299).
- A 11h05, Ruddy Barlagne (code opérateur 23) a pris en charge le flacon B pour faire la mise en tube pour la confirmation du T/E (voir Ex. 25 page USADA0264).
Après cela, il ne restait plus d'urine dans le flacon B.

Depuis 9h12 jusqu'au moment où les mises en tube ont été terminées et le flacon B était vide, les deux avocats de Mr. Landis ont été en mesure d'être présents. L'expert de Mr. Landis, le Dr. De Boer, était présent et a observé toutes les étapes.

Après la mise en tube pour l'analyse IRMS à 11h03, la préparation de l'échantillon a débuté à 11h26 et s'est poursuivie jusqu'au lendemain, le 4 Août.

Le 4 Août, pour être plus efficace, j'ai commencé à préparer mes deux machines le matin. À 8 h 23, j'ai fait le tune du GC/MS. À 9 h 14, j'ai continué la préparation de l'échantillon commencée le jour d'avant et j'ai continué de préparer les deux machines. À 10h14, l'analyse du mix acétate par GC/MS était terminée et les données imprimées. À 10h21, j'ai optimisé le signal (peak centre) sur l'Isoprime 1 et j'ai continué de faire le va et vient entre la préparation de l'échantillon et la vérification de performance de l'Isoprime (vérification de la stabilité de l'instrument), ensuite seulement, préparation du Mix Cal IRMS et trois injections consécutives de Mix Cal IRMS, valeurs rentrées sur notre carte de contrôle et acceptées). À 13h22, la préparation de l'échantillon pour l'analyse en GC/MS était terminée et l'identification par GC/MS a commencé avec des injections d'une fraction du blanc urinaire, fraction de l'échantillon, fraction du blanc urinaire, fraction de l'échantillon, etc. À 13h45, la première injection de Mix Cal acetate était terminée sur l'Isoprime 1. Après avoir vérifié les intégrations, j'ai imprimé les données du Mix Cal acetate. Depuis le matin jusqu'en début d'après-midi, tout les critères d'acceptabilité pour la vérification de performance de l'IRMS étaient respectés.

C'est seulement après que toutes les fractions du blanc urinaire et de l'échantillon eurent été injectées sur le GC/MS (impression du rapport du dernier vial injecté à 16h31), que j'ai pu récupérer les vials analysés sur le GC/MS, ajouter du standard interne et reprendre par le bon volume de solvant pour l'analyse en IRMS. C'est pour cela que l'analyse en IRMS sur

l'Isoprime 1 n'a pas débuté avant 17 h 00. Pendant la période entre la première injection du Mix Cal acetate et l'injection à 17 h00, aucun contrôle n'a été injecté.

J'ai vérifié les données IRMS, y compris si les intégrations étaient correctes. Lorsque ce n'était pas le cas, j'ai intégré manuellement en corrigeant les débuts et/ou fins de pics and les points de référence du bruit de fond, en suivant le Mode Opérateur approprié.

Cynthia Mongongu a vérifié que les critères d'acceptabilité étaient respectés pour les performances instrumentales.

Si les contrôles n'avaient pas été conformes aux critères d'acceptabilité, des problèmes auraient été constatés, par exemple, pas de détection de signal, pas de données enregistrées, mauvais tune, appareil non stable, non précis ou non juste et des déviations isotopiques aberrantes.

Page Data Processing Results correcte

La raison pour laquelle la valeur delta du mix cal IRMS n'est pas la même sur la page Ex. 25 page USADA0331, « batch data processing results », et sur la page Ex. 25 page USADA0358-0359, « data processing results », c'est que les données à la page 0331 sont obtenues par l'intégration automatique du logiciel avant toute correction, alors que les données aux pages 0358-0359 ont été intégrées manuellement pendant ma vérification de l'intégration des pics.

Vérifications de la linéarité de l'IRMS

La linéarité de l'IRMS était correcte au moment de l'analyse de l'échantillon 995474 B. Je m'étais assurée qu'une vérification de linéarité de l'Isoprime 1 avait été effectuée moins de 30 jours avant l'analyse.

Au cours de la préparation des déclarations des témoins pour l'audience de Mars 2008, le personnel du LNDD a trouvé les données papiers de la vérification de la linéarité d'Août 2006. C'est moi qui avais effectué cette vérification puisque j'avais fait la réouverture du

secteur IRMS après les congés annuels d'Août. J'ai vérifié la linéarité avant que l'Isoprime 1 ne soit utilisé pour quelque analyse que ce soit.

Analyses d'Avril 2007

J'ai été impliquée dans les analyses des échantillons supplémentaires du Tour de France 2006 de Mr Landis en tant qu'analyste. Ces analyses, plus l'analyse des trois échantillons inconnus apportés par Mr. Aguilera, ont eu lieu du 16 au 23 Avril 2007 sans pause de fin de semaine. Etaient présents, pour Mr. Landis, Simon Davis, Paul Scott et une interprète. Les échantillons ont été anonymisés le premier jour, chaque jour étaient préparés deux échantillons tirés au sort et les préparations étaient faites alternativement par Cynthia Mongongu et par moi. Les résultats des analyses apparaissent dans Ex. 84-93, LNDD0633-1584.

Redépouillement des données électroniques

Le redépouillement des données électroniques de l'échantillon 995474 B a été fait les 4 et 5 Mai 2007 selon les instructions de Mr Botrè, en présence de Simon Davis, son assistant, Thomas Brenna, Janine Jumeau et Francesco Botrè. Les données ont été traitées de quatre façons : uniquement par OS2, puis avec intégration manuelle, puis sans soustraction de bruit de fond. Le dernier retraitement des données de l'OS2 fut par le logiciel MassLynx sur l'Isoprime 2. Quelle que soit la façon de dépouiller les données, l'échantillon était positif.

Corrections de la transcription

Tr. 692:2 et 4 non pas « isotopes » mais composés (compounds)

Tr. 694:4 à 6 en répondant oui à cette question, j'entendais qu'ils viennent à la suite les uns des autres et non pas sans pause. Idem Tr. 716:8.

Tr. 697:3 non pas « Bordry » mais Mr. Botrè, les pages 697 et 698 ne sont pas claires à ce propos.

Tr. 700:6 non pas « prenotification » mais identification

Je déclare, sous peine de parjure, d'après les lois en vigueur en France et dans l'Etat de New York, que ce qui précède est vrai et correct et que j'ai signé cette déclaration le 5 Mars 2008 à Châtenay-Malabry.

Claire FRELAT

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'FRELAT', with a large, sweeping horizontal stroke above it.

IN THE COURT OF ARBITRATION FOR SPORT

In the arbitration between

FLOYD LANDIS

V.

UNITED STATES ANTI-DOPING AGENCY

)
)
)
)
)
)
)

CAS 2007/A/1394

Witness Statement of Claire FRELAT

My name is Claire Frelat. My address is AFLD Département des analyses, 143 avenue Roger Salengro, 92290 Châtenay-Malabry, France. I am making this statement based on my personal knowledge.

Education

I earned a DUT (Diplôme Universitaire Technologique) (university diploma in General Chemistry) in July 1998 and a Licenciata (undergraduate university degree) in General Chemistry in September 2000.

IRMS experience and employment history at LNDD

I have been working at LNDD since January 2001 as a chemistry analyst with operator code 26. My IRMS training began in January 2006. I was trained by Cynthia Mongongu under the supervision of Dr. Corinne Buisson for approximately 30 days on a full-time basis. My training included sample preparation according to standard operating procedure M-EX-24 and the IRMS analysis of blank urine samples. Once my training was approved, I was authorized to conduct IRMS analyses of samples independently (see Tr. 681:2-684:20).

In July 2006, my responsibilities were to act as a chemistry analyst for IRMS analyses and as the person in charge of reference substances for the Chemistry Research and Development Department, Specialized Analyses section. At that date, I had conducted approximately 50 IRMS analyses on athletes' samples.

5alpha-AC Internal standard

In IRMS, for the analysis of Mix Cal Acetate and samples, the retention time of the internal standard, 5alpha-AC, is set at approximately 870 seconds, so that it comes out approximately one hundred seconds after the opening of the HeartSplit (HS) valve, after stabilization of the baseline. The HS valve is the valve that directs the flow toward the mass spectrometer. The isotopic value of the internal standard is not subject to quality control. LNDD has not established any acceptance criteria for the delta value of the internal standard in a urine matrix.

IRMS peak identification

Pre-identification is done visually based on the similar chromatographic profiles obtained in IRMS and GC/MS.

In the sample, IRMS peak identification is done based on retention times and relative retention times of the analytes compared to the known and studied analytes in the blank urine which is prepared and analyzed alongside the sample.

Comparing sample 995474B and the blank urine analyzed at the same time as that sample, the retention times of the internal standard, 5-alpha and pdiol are almost identical between 995474B and the blank urine.

Interpretation of WADA TD2003IDCR-FR

The WADA Technical Document TD2003IDCR-FR requires that the retention time of the analyte being considered not differ by more than 0.1% or ± 0.2 min (whichever is smaller) from that of the same substance in a sample from a reference, analyzed contemporaneously on the same type of instrument.

I do not compare GC/MS retention times with IRMS retention times because they are two different types of instruments (combustion oven and extra capillaries).

ISO and WADA accreditation

The COFRAC audit took place on February 9 and 10, 2006. The technical assessor, on behalf of COFRAC and WADA, stayed in the IRMS section one whole day. He followed me

and watched me as I prepared samples, identified analytes by GC/MS and IRMS, and when necessary when I manually integrated peak beginnings and/or endings, on the Isoprime 1 machine. He reviewed the standard operating procedures in force and asked me questions to check that I had been trained correctly and that I fully understood how to do an IRMS analysis.

IRMS confirmation of sample 995474 A

I was not involved in the analysis of 995474 A. I was not at the lab on the days of the analysis.

IRMS confirmation of sample 995474B

I was involved in the confirmation of sample 995474 B as an analyst (See Tr. 418:11-418:21, Tr. 445:20-447:25, Tr. 676:2-676:4, Tr. 714:25-715:2 and Tr. 716:16-721:15). My supervisor was Cynthia Mongongu. She was not involved in handling the sample. I carried out the confirmation of sample 995474 B from August 3 to August 5, 2006.

Regarding the chain of custody of the B bottle, I witnessed all the steps that took place on August 3, 2006:

- At 9:12, Esther Cerpolini (operator code 18) removed the B bottle from CH.FR5 (see Ex. 25, page USADA0251). The B bottle remained in her custody while the persons present examined it and while Ruddy Barlagne opened it.
- At 11:03, I took custody of the B bottle to aliquot it for the IRMS analysis (see Ex. 25, page USADA0299).
- At 11:05, Ruddy Barlagne (operator code 23) took custody of the B bottle to aliquot it for the T/E confirmation (see Ex. 25, page USADA0264).
- After that there was no urine left in the B bottle.

From 9:12 until aliquoting was finished and the B bottle was empty, the two attorneys for Mr. Landis had the opportunity to be present. Mr. Landis's expert, Dr. De Boer, was present and observed all the steps.

Following aliquoting for IRMS at 11:03, sample preparation began at 11:26 and continued until the next day, August 4.

[Translation]

On August 4, 2006, to be more efficient, I started preparing my two machines in the morning. At 8:23 a.m., I tuned the GC/MS. At 9:14 a.m., I continued the sample preparation started the day before and I continued to prepare the two machines. At 10:14 a.m., the GC/MS mix acetate analysis was done and the data were printed. At 10:21 a.m., I optimized the signal (peak center) on the Isoprime 1 and continued to move back and forth between sample preparation and Isoprime performance verification (instrument stability check), only then was the IRMS Mix Cal prepared and injected three consecutive times, and the values recorded in our quality control chart and accepted). At 1:22 p.m., sample preparation for GC/MS analysis was finished and the GC/MS identification began with injections of a blank urine fraction, a sample fraction, a blank urine fraction, a sample fraction, etc. At 1:45 p.m., the first injection of Mix Cal acetate was completed on the Isoprime 1. After checking the integrations, I printed the Mix Cal acetate data. From the morning until early afternoon, all the acceptance criteria for IRMS performance verification were met.

Not until all the fractions of the blank urine and sample had been injected on the GC/MS (printing of the report for the last injected vial at 4:31 p.m.), was I able to recover the analyzed vials from the GC/MS, and add internal standard and redissolve in the proper volume of solvent for IRMS analysis. That is why IRMS analysis on the Isoprime 1 did not begin until 5:00 p.m. In the period between the first Mix Cal acetate injection and the injection at 5:00 p.m., no controls were injected.

I checked the IRMS data, including whether the integrations were correct. When they were not, I integrated manually by correcting the peak beginnings and/or ends and background noise reference points, following the relevant Standard Operating Procedure.

Cynthia Mongongu verified that the acceptance criteria were met for the instrument performance.

If the controls had not been in conformity with the acceptance criteria, problems would have been observed, for example, no signal detected, no data recorded, bad tune, instrument not stable, not precise or not accurate and aberrant isotopic values.

Data Processing Results page correct

The reason why the IRMS mix cal delta value is not the same on page Ex. 25, page USADA0331, "batch data processing results" and on page Ex. 25, page USADA0358-0359, "data processing results" is that the data on page 0331 are obtained by the software's automatic integration before any correction, whereas the data on pages 0358-0359 were manually integrated during my verification of the peak integrations.

IRMS linearity checks

The linearity of the IRMS was correct when sample 995474 B was analysed. I had made sure that a linearity check of the Isoprime 1 had been conducted less than 30 days before the analysis.

While preparing witness statements for the March 2008 hearing, LNDD staff found the printed data from the August 2006 linearity test. I was the one who did that test since I reopened the IRMS section after the annual August vacation shutdown. I verified the linearity before the Isoprime 1 was used for any analysis.

April 2007 analyses

I was involved in the analyses of Mr. Landis's additional samples from the Tour de France 2006 as an analyst. These analyses, plus the analysis of the three unknown samples brought by Mr. Aguilera, took place from April 16 to 23, 2007, without a break over the weekend. Present for Mr. Landis were Simon Davis, Paul Scott, and an interpreter. The samples were anonymized on the first day, each day two samples drawn at random were prepared and the preparations were done alternatively by Cynthia Mongongu and me. The results of the analyses are reported in Ex. 84-93, LNDD0633-1584.

Reprocessing of the electronic data

Reprocessing of the electronic data for sample 995474 B was done on May 4 and 5, 2007 according to Mr Botrè's instructions, in the presence of Simon Davis, his assistant, Thomas Brenna, Janine Jumeau and Francesco Botrè. The data were processed in four ways: only by OS2, then with manual integration, then with no background subtraction. The last reprocessing of the data from the OS2 was done using the MassLynx software on the Isoprime 2. No matter how the data were processed, the sample was positive.

[Translation]

Corrections to the transcript

Tr. 692:2 and 4 not “isotopes” but compounds

Tr. 694:4-6 when I answered “yes” to this question, I meant that they follow each other, not “without any pause”. The same comment applies to Tr. 716:8.

Tr. 697:3 not “Bordry” but “Mr. Botrè”, pages 697 and 698 are unclear on this point.

Tr. 700:6 not “prenotification” but “identification”

I declare on pain of perjury under the laws of France and the State of New York that the foregoing is true and correct and that I signed this witness statement on 5 March 2008 in Châtenay-Malabry.

[Signature]

Claire FRELAT